

12. 7. 2004

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

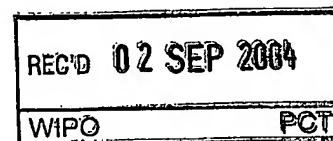
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application: 2003年 7月24日

出 願 番 号  
Application Number: 特願2003-278970  
[ST. 10/C]: [JP2003-278970]

出 願 人  
Applicant(s): 信越半導体株式会社

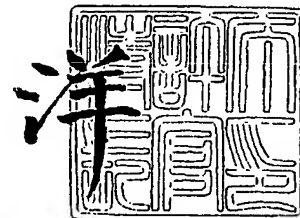


PRIORITY  
DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1 (a) OR (b)

2004年 8月20日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小 川



BEST AVAILABLE COPY

【書類名】 特許願  
【整理番号】 76522-P  
【提出日】 平成15年 7月24日  
【あて先】 特許庁長官 今井 康夫 殿  
【国際特許分類】 H01L 21/00  
【発明者】  
    【住所又は居所】 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平 1 5 0  
                                信越半導体株式会社 半導体白河研究所内  
    【氏名】 高松 直之  
【特許出願人】  
    【識別番号】 000190149  
    【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内 1 丁目 4 番 2 号  
    【氏名又は名称】 信越半導体株式会社  
【代理人】  
    【識別番号】 100080230  
    【住所又は居所】 東京都豊島区東池袋 3 丁目 7 番 8 号  
                                若井ビル 3 0 2 号 石原国際特許事務所  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 石原 詔二  
    【電話番号】 03-5951-0791  
【手数料の表示】  
    【予納台帳番号】 006921  
    【納付金額】 21,000円  
【提出物件の目録】  
    【物件名】 特許請求の範囲 1  
    【物件名】 明細書 1  
    【物件名】 図面 1  
    【物件名】 要約書 1  
    【包括委任状番号】 9804626

**【書類名】 特許請求の範囲****【請求項 1】**

回転可能なウエーハ保持板にウエーハを保持し、回転可能な定盤に貼付された研磨布に研磨剤を供給するとともに前記ウエーハと研磨布を摺接させてウエーハ表面を研磨する方法において、研磨剤として略球形状のシリカを主成分とし、更に有機塩基又はその塩を含有するアルカリ溶液を用い研磨することを特徴とするウエーハの研磨方法。

**【請求項 2】**

回転可能なウエーハ保持板にウエーハを保持し、回転可能な定盤に貼付された研磨布に研磨剤を供給するとともに前記ウエーハと研磨布を摺接させてウエーハ表面を研磨する方法において、研磨剤として略均一に分散されたシリカを有し、該シリカの形状が略球形状であり、かつシリカの平均粒子径が 12 nm 以下であるアルカリ溶液を用い研磨することを特徴とするウエーハの研磨方法。

**【請求項 3】**

前記研磨剤が前記シリカを主成分とし、更に有機塩基又はその塩を含有するアルカリ溶液であることを特徴とする請求項 2 記載のウエーハの研磨方法。

**【請求項 4】**

前記有機塩基又はその塩が第 4 級アンモニウム水酸化物であることを特徴とする請求項 1 又は 3 記載のウエーハの研磨方法。

**【請求項 5】**

前記シリカの分散状態での平均粒子径が 5 nm～10 nm であることを特徴とする請求項 2～4 のいずれか 1 項記載のウエーハの研磨方法。

**【請求項 6】**

前記シリカの分散状態での最大粒子径が 12 nm 以下であることを特徴とする請求項 2～5 のいずれか 1 項記載のウエーハの研磨方法。

**【請求項 7】**

前記アルカリ溶液の pH が 10～13 であることを特徴とする請求項 1～6 のいずれか 1 項記載のウエーハの研磨方法。

**【請求項 8】**

前記アルカリ溶液の pH 調整に  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  が用いられていることを特徴とする請求項 1～7 のいずれか 1 項記載のウエーハの研磨方法。

**【請求項 9】**

前記第 4 級アンモニウム水酸化物がテトラメチルアンモニウムヒドロキシドであることを特徴とする請求項 4～8 のいずれか 1 項記載のウエーハの研磨方法。

**【請求項 10】**

前記有機塩基又はその塩を、使用する研磨剤の溶解限界まで添加することを特徴とする請求項 1、3～9 のいずれか 1 項記載のウエーハの研磨方法。

**【請求項 11】**

前記ウエーハがシリコンウエーハであることを特徴とする請求項 1～10 のいずれか 1 項記載のウエーハの研磨方法。

**【請求項 12】**

鏡面研磨工程の粗研磨工程（1 次研磨及び 2 次研磨工程）で実施されることを特徴とする請求項 1～11 のいずれか 1 項記載のウエーハの研磨方法。

**【請求項 13】**

前記粗研磨工程が 2 次研磨工程であることを特徴とする請求項 12 記載のウエーハの研磨方法。

**【請求項 14】**

前記シリカを 2%～20 重量%の濃度で使用することを特徴とする請求項 1～13 のいずれか 1 項記載のウエーハの研磨方法。

**【請求項 15】**

不織布タイプの研磨布を使用し研磨することを特徴とする請求項 1～14 のいずれか 1

項記載のウエーハの研磨方法。

【請求項 1 6】

前記研磨布の硬度（アスカー C 硬度）が 5 0 以上であることを特徴とする請求項 1 ～ 1 5 のいずれか 1 項記載のウエーハの研磨方法。

【請求項 1 7】

前記ウエーハの研磨代が  $1 \mu\text{m}$  以上となるように研磨することを特徴とする請求項 1 ～ 1 6 のいずれか 1 項記載のウエーハの研磨方法。

【書類名】 明細書

【発明の名称】 ウエーハの研磨方法

【技術分野】

【0 0 0 1】

本発明は、シリコンウエーハ等のウエーハを研磨するための研磨方法の改良に関する。

【背景技術】

【0 0 0 2】

従来、メモリーデバイスなどに用いられる半導体基板材料として用いられるシリコンウエーハの製造方法は、一般にチョクラルスキー (C z o c h r a l s k i ; C Z) 法や浮遊帯域溶融 (F l o a t i n g Z o n e ; F Z) 法等を使用して単結晶インゴットを製造する単結晶成長工程と、この単結晶インゴットをスライスし、少なくとも一主面が鏡面状に加工されるウエーハ製造 (加工) 工程とからなる。このように製造された鏡面研磨ウエーハ上にデバイスが形成される。

【0 0 0 3】

更に詳しくウエーハ製造 (加工) 工程について示すと、単結晶インゴットをスライスして薄円板状のウエーハを得るスライス工程と、該スライス工程によって得られたウエーハの割れ、欠けを防止するためにその外周部を面取りする面取り工程と、このウエーハを平坦化するラッピング工程と、面取り及びラッピングされたウエーハに残留する加工歪みを除去するエッチング工程と、そのウエーハ表面を鏡面化する研磨 (ポリッシング) 工程と、研磨されたウエーハを洗浄して、これに付着した研磨剤や異物を除去する洗浄工程を有している。上記ウエーハ加工工程は、主な工程を示したもので、他に平面研削工程や、熱処理工程等の工程が加わったり、同じ工程を多段で行ったり、工程順が入れ換えられたりする。

【0 0 0 4】

特に研磨工程では、粗研磨と称される 1 次研磨工程と精密研磨と称される仕上げ研磨工程に区分けされ、場合により 1 次研磨工程を更に 2 工程以上に分け、1 次、2 次研磨工程等と称されている。

【0 0 0 5】

研磨工程では、定盤上で回転する研磨布と、研磨ヘッドのウエーハ支持盤に支持されたエッチング済みのシリコンウエーハ等を、適切な圧力で接触させて研磨する。この際にコロイダルシリカを含有したアルカリ溶液 (スラリー、研磨剤などと呼ばれる) が用いられている。このような研磨剤を研磨布とシリコンウエーハの接触面に添加することにより、研磨剤とシリコンウエーハがメカノケミカル作用を起こし研磨が進行する。

【0 0 0 6】

研磨装置には様々な形態のものが用いられており、例えば、図 3 に示すように 1 つの研磨ヘッドに複数枚のウエーハを保持した状態で研磨するバッチ式のものがある。図 3 において、研磨装置 A は回転軸 3 7 により所定の回転数で回転せしめられる研磨定盤 3 0 を有している。該研磨定盤 3 0 の上面には研磨布 P が貼設されている。

【0 0 0 7】

3 3 はワーク保持盤で上部荷重 3 5 を介して回転シャフト 3 8 によって回転せしめられるとともに揺動手段によって揺動せしめられる。複数枚のウエーハ W は接着の手段によってワーク保持盤 3 3 の下面に保持された状態で上記研磨布 P の表面に押し付けられ、同時にスラリー供給装置 (図示せず) よりスラリー供給管 3 4 を通して所定の流量でスラリー (研磨剤) 3 9 を研磨布 P 上に供給し、このスラリー 3 9 を介してウエーハ W の被研磨面が研磨布 P 表面と摺擦されてウエーハ W の研磨が行われる。

【0 0 0 8】

その他に、1 つの研磨ヘッドに 1 枚のウエーハを保持し研磨する枚様式の研磨装置などもある。またウエーハの保持方法も真空吸着により保持するものや、ワーク保持盤にワックスにより貼り付けるもの、水の表面張力等を利用して貼り付けるものなど種々の形態がある。これらは片面を研磨するタイプの研磨装置であるが、この他にも両面を同時に研磨

する研磨装置もある。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

このような研磨工程を行いウエーハを平坦かつ鏡面状に研磨したウエーハ表面において、更にエピタキシャル成長等を行うと欠陥が観察されることがあった。鋭意調査するとエピ基板となる研磨後の鏡面ウエーハの状態で線状の欠陥（以下この欠陥を線状欠陥と呼ぶ）が観察された。またこの欠陥は研磨工程で発生していることが明らかになった。

【0010】

線状欠陥は、従来の検査装置ではほとんど検出できないような微小な欠陥であるが、例えばコンフォーカル光学系のレーザー顕微鏡を用いシリコンウエーハの表面を観察すると容易に観察される。その特徴としては図2に示すように高さが数nmで長さが概ね0.5μm以上である線状でかつ突起状の欠陥である。

【0011】

従って、本発明の目的は、このような線状欠陥が生じないようにしたウエーハの研磨方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0012】

本発明者が鋭意調査したところ、この線状欠陥の発生要因の一つとして研磨剤が原因であることが明らかになった。

【0013】

特に従来用いていたpH調整用の $\text{Na}_2\text{CO}_3$ が過剰に添加された場合など、このような欠陥の発生につながることもある。これは研磨剤の主成分として用いられているシリカが $\text{Na}_2\text{CO}_3$ の過剰添加によってマイクロ凝集してしまい、ウエーハ表面に悪影響を与えるものと考えられる。

【0014】

つまり、研磨剤中に含まれているシリカの形状、シリカの粒径及びその分散度合いが大きく影響していることが明らかとなった。そこで、本発明のウエーハの研磨方法の第1の態様は、回転可能なウエーハ保持板にウエーハを保持し、回転可能な定盤に貼付された研磨布に研磨剤を供給するとともに前記ウエーハと研磨布を摺接させてウエーハ表面を研磨する方法において、研磨剤として略球形状のシリカを主成分とし、更に有機塩基又はその塩を含有するアルカリ溶液を用い研磨することを特徴とする。

【0015】

本発明のウエーハの研磨方法の第2の態様は、回転可能なウエーハ保持板にウエーハを保持し、回転可能な定盤に貼付された研磨布に研磨剤を供給するとともに前記ウエーハと研磨布を摺接させてウエーハ表面を研磨する方法において、研磨剤として略均一に分散されたシリカを有し、該シリカの形状が略球形状であり、かつシリカの平均粒子径が12nm以下であるアルカリ溶液を用い研磨することを特徴とする。

【0016】

特に、分散状態でのシリカの平均粒子径が5nm～10nm、特に好ましくはシリカの最大粒子径が12nm以下であると良い。このような条件であれば、線状欠陥を著しく低減できる。

【0017】

好ましくは、上記アルカリ水溶液のpHが10～13の状態での研磨する。また、好ましくは研磨中のpH調整に $\text{Na}_2\text{CO}_3$ を用いる。このような条件であれば、研磨速度も向上しかつ安定した研磨速度を得ることができる。 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ はシリカの凝集の原因のひとつではあるが、pHの調整が行いやすく作業上取り扱いやすい。

【0018】

本発明のウエーハの研磨方法の第2の態様において用いられる研磨剤は、本発明のウエーハの研磨方法の第1の態様の場合と同様に、上記シリカを主成分とし、更に有機塩基又

はその塩を含有するアルカリ溶液とすることができる。

【0019】

有機塩基又はその塩は、炭酸ナトリウム ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) の代わりに添加されてもよく、また炭酸ナトリウムと併用して添加されても良い。有機塩基又はその塩としては、特に第4級アンモニウム水酸化物などが用いることができ、例えば以下のような化学種のものがある。

【0020】

第4級アンモニウム水酸化物としては、テトラメチルアンモニウムヒドロキシド (TMAH)、テトラエチルアンモニウムヒドロキシド (TEAH)、メチルトリエチルアンモニウムヒドロキシド、テトラプロピルアンモニウムヒドロキシド、メチルトリブチルアンモニウムヒドロキシド、セチルトリメチルアンモニウムヒドロキシド、コリン、トリメチルベンジルアンモニウムヒドロキシドなどがあげられる。

【0021】

このような有機塩基又はその塩を添加することで分散性を向上させ、シリカの凝集が防止でき、線状欠陥の発生を抑制できる。但し、これらの有機塩基及びその塩は、必ずしも分散性が良くならない場合があるので、複数のアミンや第4級アンモニウム水酸化物を組み合わせて使用することが好ましい。

【0022】

このようにシリカを均一に分散させる為に、有機塩基又はその塩、例えば、第4級アンモニウム水酸化物、特にTMAHを添加した研磨剤を用いると良い。この有機塩基又はその塩の添加量としては、使用する研磨剤の溶解限界まで添加することが好ましい。このようにすれば研磨速度も向上でき、さらに研磨後の洗浄で除去しやすい。また、 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ が過剰に添加された場合でも、凝集が起こりづらい。なお、上記した第4級アンモニウム水酸化物、例えば、TMAHそのものは分散剤ではないが、その分子が立体構造を有する為、シリカの凝集を妨げる作用を有すると考えられる。

【0023】

上記ウエーハとしてはシリコンウエーハをあげることができる。特に鏡面研磨工程の粗研磨工程（1次研磨及び2次研磨工程）で実施することが好ましい。このような工程でシリカ濃度が2%～20重量%で使用するのが好適である。

【0024】

このような工程ではウエーハの研磨代が $1\mu\text{m}$ 以上と比較的多く、また研磨圧力等の研磨条件も厳しく、研磨速度が比較的早く処理されている。そのため、比較的機械的作用も大きく、研磨剤とウエーハが接触することによって線状欠陥も発生しやすい工程である。従って、このような工程で本発明のウエーハの研磨方法を実施することで線状欠陥の発生が防止できる。

【発明の効果】

【0025】

本発明のウエーハの研磨方法によれば、ウエーハの研磨後に現れていた線状欠陥の発生を防止し、優れた表面状態の鏡面ウエーハを製造できる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0026】

以下、本発明のウエーハの研磨方法に用いられる研磨装置及びスラリー供給循環システムの1例を添付図面によって説明する。

【0027】

図1は本発明の研磨方法に用いられる研磨装置及びスラリー供給循環システムの1例を示す側面的概略説明図である。

【0028】

図1において、研磨装置Aは、前述した図3に示した研磨装置の構成と同様の構成を有している。この研磨装置Aにスラリー供給循環システムBが付設されている例で説明する

。即ち、該研磨装置Aは回転軸37により回転せしめられる研磨定盤30を有している。該研磨定盤30の上面には研磨布Pが貼設されている。

#### 【0029】

33はワーク保持盤で上部荷重35を介して回転シャフト38によって回転せしめられるとともに揺動手段によって揺動せしめられる。複数枚のウエーハWはワーク保持盤33の下面に保持された状態で上記研磨布Pの表面に押し付けられ、同時にスラリー供給循環システムBのスラリー供給タンク50よりスラリー供給管34を通してスラリー（研磨剤）39を研磨布P上に供給し、このスラリー39を介してウエーハWの被研磨面が研磨布P表面に摺接されてウエーハWの研磨が行われる。

#### 【0030】

上記スラリー供給タンク50の上方にはスラリー調合タンク52が設置されている。該スラリー調合タンク52にはスラリー原液を投入するスラリー原液投入管54、純水を投入する純水投入管56及びpH調整剤や有機塩基などの添加剤を投入する添加剤投入管58がそれぞれ設けられ、所望の組成割合のスラリー新液39aを調合することができるようになっている。60は該スラリー調合タンク52内で調合されたスラリー新液39aのpHを測定するpHメータであり、該スラリー新液39aのpH管理が行われる。

#### 【0031】

該スラリー調合タンク52内で調合されたスラリー新液39aはスラリー新液供給管62を通してスラリー供給タンク50に供給される。一方、スラリー供給管34を通して研磨布Pに供給されたスラリー39は研磨作用を行いつつ流下し定盤30の下方に設けられたスラリー回収槽64に回収される。この回収された使用済みスラリー39bは該スラリー回収槽64の底部に開口された排水口66に接続するスラリー回収管68を通してスラリー供給タンク50にポンプ70によって圧送され回収される。72はスラリー供給タンク50にpH調整剤を供給するためのpH調整剤供給管である。

#### 【0032】

したがって、該スラリー供給タンク50には使用済スラリー39b、スラリー新液39a及びpH調整剤が供給され、所望の組成割合の研磨用スラリー39を作製することができる。74は該スラリー供給タンク50内に作製されたスラリー39のpHを測定するpHメータであり、該スラリー39のpH管理が行われる。

#### 【0033】

このような構成のスラリー供給循環システムBを研磨装置Aに接続することによって、使用済スラリー39bを回収して循環使用することができ、スラリーの有効利用を図ることができる。なお、このようにスラリーを循環して使用する場合、研磨屑（例えば、研磨布屑）の量によっては、研磨屑を除去するようなフィルター等をスラリー回収管68またはスラリー供給管34等に適宜設置する。

#### 【0034】

続いて、本発明のウエーハの研磨方法についてさらに詳述する。本発明のウエーハの研磨方法に用いる研磨剤は、固形成分、各種添加剤、純水からなるアルカリ溶液である。

#### 【0035】

上記研磨剤の固形成分は略球形の形状をしたシリカであり、かつ有機塩基及びその塩を含むことで分散性を良くしたものが用いられる。また、上記研磨剤としては略均一に分散されたシリカを有し、特に分散状態でのシリカの平均粒子径が12nm以下、好ましくは5～10nmの範囲内にあるものも用いられる。平均粒子径が5nm未満であると、球形の状態のシリカを製造するのが難しくなり形状の安定性が悪化し、12nmを超えると、線状欠陥の発生が増えてしまうために好ましくない。

#### 【0036】

なお、本発明のウエーハの研磨方法において用いる研磨剤中の分散状態でのシリカは平均粒子径が上記範囲内であれば良いが、好ましくは個々のシリカの粒子径が上記範囲を超えないようにすると良い。つまり最大粒径が12nm以下であることが好ましい。なお、平均粒径や最大粒径はBET法により確認した値である。

## 【0037】

更に、本発明方法に用いるシリカは、本発明方法で用いるウエーハ研磨剤中の分散状態でのシリカ平均粒子径及び形状が上記の通りとなり得るものであればどのようなものでも使用することができ、例えば、シリカ微粉末であってもよいが、水ガラスから製造される水性コロイダルシリカ（シリカゾル）液を使用するのが分散安定性の点から好ましい。又、水性コロイダルシリカ液がアルカリ性のものであると、ウエーハの研磨剤としてのpH条件に調整し易いので好ましい。但し、この時のシリカの形状は略球状である必要がある。形状が崩れるほど線状欠陥の発生が増えてしまう。このようなアルカリ性コロイダルシリカは、一般に市販されている製品を使用することもできる。

## 【0038】

また、本発明のウエーハの研磨方法で用いる研磨剤は、pHが10～13に調整されたものが好ましい。特に研磨剤の使用時（研磨時）にはpH10.5～11.5の範囲で使用する事が好ましい。pHが上記範囲未満であると研磨効率が悪く実用性に乏しく、pHが上記範囲を超えると研磨剤（シリカ）の凝集が起こる可能性があるために好ましくない。なお、pHの調整は使用前に任意の公知アルカリ剤（例えば、NaOH、KOH、アンモニア、有機アミン等）を添加剤として使用して調整することができる。また、研磨に使用された研磨剤は繰り返し再利用（循環使用）されておりこのような場合、pHコントロールしやすいNa<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>などにより微調整される。

## 【0039】

更に、本発明の研磨方法で用いる研磨剤は、シリカが十分に分散されている必要がある。シリカ粒子同士が凝集しないような処理または添加剤を添加すると好ましい。分散させる為の方法は特に限定するものではないが、例えば、有機塩基又はその塩を添加する。

## 【0040】

有機塩基及びその塩としては、特に第4級アンモニウム水酸化物などを用いることができる。特にその分子が立体構造を有しており、シリカの凝集を妨げる作用を有する有機塩基及びその塩が好ましい。

## 【0041】

特に、シリカを十分に分散させる為にテトラメチルアンモニウムハイドロオキシド（TMAH）を添加すると良い。このようにTMAHを研磨剤中に添加するとシリカ表面をTMAHが覆うように作用し（吸着し）、シリカ同士が凝集されることが低減され、均一な分散状態を維持できる。同様に表面が活性な状態のシリカ粒子の表面にアルミをコートしたりして、シリカ粒子同士が凝集せず、分散性の良い状態の研磨剤を用いても良い。

## 【0042】

シリカ粒子は分散していれば分散しているほど好ましい為、有機塩基等の添加はできるだけ多くすることが好ましい。しかし、有機塩基の中には重金属を含有しているものもあり、ウエーハを汚染させないようにレベルで添加する。

## 【0043】

特にTMAHは重金属の影響もなく、できるだけ多く添加することが好ましく、研磨剤中に溶解する限界まで添加すればよいが、少なくとも研磨剤全量に対し5重量%以上添加する。なお、TMAHの溶解の上限は使用する溶媒（通常純水にアルカリ成分を添加したもの）や使用温度等により変化する。

## 【0044】

ウエーハを研磨するための研磨剤（特に原液）の固形成分（シリカ）濃度は、特に限定するものではなく固形成分（シリカ）濃度が5～80重量%、好ましくは10～70重量%で製造すればよいが、これを研磨に使用する際には水で組成物全体の固形成分濃度（シリカ濃度）を2～20重量%に希釈して使用する。研磨時の濃度等は研磨装置の形態や研磨条件等により適宜設定すればよい。

## 【0045】

このような構成を有する研磨剤を用い、ウエーハを研磨する。なお、線状欠陥を無くすには上記したシリカの形状及び粒径、更にはその分散状態が特に重要であるが、その他に

研磨剤としては研磨速度の向上や、金属汚染等に対する問題も解決しなくてはならない。TMAHのような添加剤である程度改善されるものの、このような問題点については、上記研磨剤に更に金属汚染を防止するためキレート効果のある物質、例えばトリポリリン酸ソーダやその他キレート剤が添加されていても良い。更に研磨速度を向上させるため、有機アミンやピペラジン等を添加するのも任意である。また、シリカ粒子の製造段階でイオン交換樹脂等を用い重金属等が十分に除去されていることが好ましい。研磨剤中のCuやNiの濃度が1ppb以下に管理されていることが好ましい。

#### 【0046】

また、この研磨で使用する研磨布は、不織布タイプの研磨布であると効果が大きい、特に硬度（アスカーC硬度）が50以上の研磨布を使用し研磨工程で実施すると効果が大きい。線状欠陥の発生原因は主に研磨剤の影響と考えられるが、このタイプの研磨布を用いた1次、2次研磨で発生が多いことから、このような研磨布との相性も線状欠陥の発生要因のひとつとして考えられる。本発明の研磨方法であれば、例えばこのような研磨布を用いても線状欠陥の発生を防止することが出来る。なお、アスカーC硬度とは、スプリング硬さ試験機の一つであるアスカーゴム硬度計C型により測定した値であり、SRIS（日本ゴム協会規格）0101に準じた値である。

#### 【実施例】

#### 【0047】

以下に実施例をあげて本発明をさらに具体的に説明するが、これらの実施例は例示的に示されるもので限定的に解釈されるべきでないことはいうまでもない。

#### 【0048】

（実施例1～3及び比較例1～3）

線状欠陥に対する研磨剤（特に粒径、形状、分散性）の影響について確認した結果を示す。研磨剤中に含まれる固形分として、Na水ガラスをイオン交換し活性ケイ酸を得、これを加熱することによって縮重合させたシリカゾルを使用した。これに純水やpH調整の為にNaOHを添加し、固形成分（シリカ）濃度が50%の研磨剤を用意した。更にこの研磨剤にトリポリリン酸を添加した。

#### 【0049】

上記のような研磨剤を主成分とし、シリカの平均粒径や形状を振った6種類の研磨剤を下記の（1）～（6）に示すように準備した。シリカの平均粒径や形状はシリカゾルを形成する縮重合工程等を変更することで制御できる。そこで異なった粒径や形状のシリカを含む研磨剤を数水準用意し、研磨後に現れる線状欠陥との関係を確認した。

#### 【0050】

（1）研磨剤（研磨中にシリカ同士が凝集しやすく均一に分散していない研磨剤）として、 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ を添加してpH調整したシリカの平均粒径が約13nm、シリカ形状が球形である研磨剤を準備した（比較例1）。

#### 【0051】

（2）研磨剤（形状が球状でない研磨剤）として、 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ を添加してpH調整したシリカの平均粒径が約13nm、シリカ形状がいびつな形状をした研磨剤を準備した（比較例2）。

#### 【0052】

（3）研磨剤（平均粒径が大きい研磨剤）として、 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ を添加してpH調整したシリカの平均粒径が約20nm（最大粒径約60nm程度）、シリカ形状が球形である研磨剤を準備した（比較例3）。

#### 【0053】

（4）研磨剤（研磨中でも分散性良く粒径が小さく球状の研磨剤）として、TMAHが10重量%添加されており、上記研磨剤中のシリカの平均粒径が12nm（最大粒径約15nm、最小粒径約8nm）、シリカ形状が球形である研磨剤を準備した（実施例1）。

#### 【0054】

（5）研磨剤（研磨中でも分散性良く、粒径が更に小さく球状の研磨剤）として、TM

AHが10重量%添加されており、上記研磨剤中のシリカの平均粒径が8 nm（最大粒径約12 nm、最小粒径約5 nm）、シリカ形状が球形である研磨剤を準備した（実施例2）。

【0055】

(6) 研磨剤（研磨中でも分散性がすばらしく良く粒径が小さく球状の研磨剤）として、TMAHが溶解限界（本研磨剤の場合20重量%）まで添加されており、上記研磨剤中のシリカの平均粒径が8 nm（最大粒径約12 nm、最小粒径約5 nm）、シリカ形状が球形である研磨剤を準備した（実施例3）。

【0056】

ウエーハの研磨装置及び研磨条件等に付いては特に限定するものではないが、本例では直径300 mmウエーハを2枚同時に支持できる研磨ヘッドを用いた片面研磨装置を用いた。

【0057】

研磨の手順としては、直径300 mmの両面研磨済み（1次研磨済み）のシリコンウエーハを上記研磨ヘッドのウエーハ支持盤に1バッチ2枚貼付け、不織布からなる研磨布を用い研磨した。研磨の際に上記研磨剤を8リットル/分で添加した。この研磨剤は、シリカ濃度が3.0重量%になるように純水で薄めて使用した。更に、pH調整の為に $\text{Na}_2\text{CO}_3$ を添加した。初期pHは10.5に調整した。

【0058】

研磨条件としては、不織布タイプの研磨布（アスカーC硬度80）を用い、研磨圧が20 kPaとして、シリコン表面を約1.5  $\mu\text{m}$ 研磨した。これらの研磨条件は2次研磨といわれる研磨条件に相当する研磨である。

【0059】

このように研磨したウエーハの表面をコンフォーカル光学系のレーザー顕微鏡（レーザーテック社製MAGICS）を用い欠陥の観察を行った。

【0060】

その結果、比較例1～比較例3の研磨剤では図2に示すような線状の欠陥が観察された。

【0061】

比較例1の研磨剤ではこのような欠陥の個数は100個（300 mmウエーハ当たり）と大変多く存在した。特に同じ研磨剤を繰り返し使用したので、pH調整の為に、研磨途中で $\text{Na}_2\text{CO}_3$ を添加したが、初めは線状欠陥は少なかったものの、ある程度 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ を添加すると研磨剤がマイクロ凝集してしまい分散性が悪くなり、これに伴い線状欠陥の発生も急増した。この結果から、研磨中のシリカの分散状態が重要であることがわかった。

【0062】

比較例2の研磨剤では、球状のシリカを酸処理して形状がいびつになったシリカを用いたものであるが、球状の形状が若干いびつになった場合、線状欠陥の発生を促進してしまうことがわかった。特に今回の研磨では、1000個（300 mmウエーハ当たり）と大変多くの欠陥が存在していた。このことから、シリカの形状はできるだけ球状に近くすることが好ましいことがわかった。

【0063】

比較例3の研磨剤は、シリカ粒子の粒径を比較的大きくしたものである。この研磨では、150個（300 mmウエーハ当たり）程度の線状欠陥が観察された。粒径はそれ程影響ないが、粒径を大きくすると線状欠陥が若干増える傾向にあることがわかった。

【0064】

一方、実施例1～実施例3では線状欠陥が著しく減少していた。

【0065】

実施例1の研磨剤としては、有機塩基としてTMAHを10重量%程度加え、シリカの分散性を良くし、更に粒径をなるべく小さくし球状のシリカを用いたものであるが、これにより線状欠陥の発生が著しく低減した。特に、この研磨では、線状欠陥は30個（30

0 mm ウエーハ当たり) と大変少なかった。

【0066】

実施例 2 の研磨剤では、更に粒径を小さくしている。このように粒径を小さくすれば、繰り返し研磨剤を使用しても ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$  等が添加されても) シリカ同士が凝集することが防止でき安定して研磨することが出来る。特に、この研磨では、線状欠陥は 20 個 (300 mm ウエーハ当たり) と大変少なかった。

【0067】

実施例 3 の研磨剤は、TMAH を溶解する限界まで添加したものである。このような研磨剤でも線状欠陥の発生が抑えられ、更に繰り返し研磨剤を使用しても ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$  等が添加されても) シリカ同士が凝集することが防止でき、さらに研磨速度も向上して安定して研磨することが出来る。特に、この研磨では、ほとんど欠陥は観察されなかった。

【0068】

(実施例 4)

以下に本発明のウエーハの研磨方法によってシリコンウエーハを研磨した場合を説明する。エッチング済みの直径 200 mm ウエーハに対して 1 次、2 次、仕上げの 3 段の片面研磨を行った。この 1 次、2 次研磨に本発明の研磨方法を適用した。

【0069】

つまり、1 次研磨及び 2 次研磨では研磨剤として、TMAH を 20 重量% 添加した、シリカの平均粒子径約 8 nm (最大粒径約 12 nm、最小粒径約 5 nm)、シリカ固形分 30 重量% のアルカリ性コロイダルシリカの原液 (研磨剤) を、シリカ固形成分の濃度が 3 重量%、 $\text{pH} = 10 \sim 11$  になるように純水で希釈した研磨剤を用いた。

【0070】

(1 次研磨)

1 次研磨では研磨装置として、図 1 に示したようなバッチ式のワックスマウント方式の片面研磨装置を用いた。研磨条件としては、不織布タイプの研磨布 (アスカー C 硬度 60) を用い、研磨圧が 30 kPa として、シリコンウエーハの表面を約  $10 \mu\text{m}$  研磨した。これらの研磨条件は 1 次研磨といわれる研磨条件に相当する研磨である。直径 200 mm のシリコンウエーハを 1 バッチ 5 枚で行い 20 バッチ研磨した。

【0071】

研磨剤は循環して使用し、複数枚のウエーハを繰り返し研磨した。この時  $\text{pH}$  の調整は  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  で行った。初期  $\text{pH}$  は 10.5 に調整した。研磨剤の流量は 10 リットル/分で実施した。

【0072】

(2 次研磨)

2 次研磨でも研磨装置としては図 1 に示したような形態の片面研磨装置を用いた。研磨条件としては、1 次研磨されたウエーハ表面を不織布タイプの研磨布 (アスカー C 硬度 80) を用い、研磨圧が 20 kPa として、シリコン表面を約  $1.5 \mu\text{m}$  研磨した。これらの研磨条件は 2 次研磨といわれる研磨条件に相当する研磨である。

【0073】

2 次研磨でも研磨剤は循環して使用し、複数枚のウエーハを繰り返し研磨した。この時  $\text{pH}$  の調整は  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  で行った。初期  $\text{pH}$  が 10.5 に調整されている。研磨剤の流量は 8 リットル/分で実施した。

【0074】

仕上げ研磨では研磨装置としては図 3 に示したような形態の片面研磨装置を用いた。研磨条件としては、2 次研磨されたウエーハ表面をスエードタイプの研磨布 (アスカー C 硬度 50) を用い、研磨圧が 15 kPa として、シリコン表面を若干 ( $1 \mu\text{m}$  以下) 研磨した。これらの研磨条件は仕上げ研磨といわれる研磨条件に相当する研磨である。研磨剤は  $\text{pH} 10$  に調整されたシリカ固形成分の濃度が 0.4 重量% のアルカリ溶液を用い、掛け捨てで使用した。

【0075】

このような研磨をしても線状欠陥はほとんど観察されず、観察されたウエーハでも15個以下と大変少量であった。また繰り返し研磨剤を使用して研磨しても研磨したウエーハにおける線状欠陥の増加はほとんど観察されず、かつ平坦度も良好であった。

【0076】

また、この研磨したシリコンウエーハを基板としエピタキシャル成長を行った。その結果、エピタキシャルウエーハ表面にも欠陥は観察されなかった。

【0077】

(比較例4)

実施例4と同じ条件で研磨剤にTMAHを添加しておらず、シリカの形状がいびつな研磨剤を使用し研磨した。

【0078】

その結果、1バッチ目から線状欠陥が観察され、繰り返し研磨剤を使用する毎に線状欠陥の発生が増えた。

【0079】

実施例4と同様にウエーハ上にエピタキシャル層を形成したところ、欠陥が観察された。この欠陥は線状欠陥が現れていた部分と略同様な位置に観察された。

【0080】

以上のように本発明のウエーハの研磨方法に特有の研磨剤を使用することで線状欠陥の発生を防止することが出来る。

【0081】

なお、本発明方法は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

【0082】

例えば、両面研磨装置、片面研磨装置など研磨装置の形態は特に限定されない。また、ウエーハは複数枚同時に研磨するバッチ式、また1枚ずつ研磨する枚葉式等の形態も問わない。

【図面の簡単な説明】

【0083】

【図1】本発明方法に用いられる研磨装置及びスラリー供給循環システムを示す側面的概略説明図である。

【図2】コンフォーカル光学系によるレーザー顕微鏡によりウエーハ表面に観察される線状欠陥の1例を示す写真である。

【図3】研磨装置の1例を示す側面的概略説明図である。

【符号の説明】

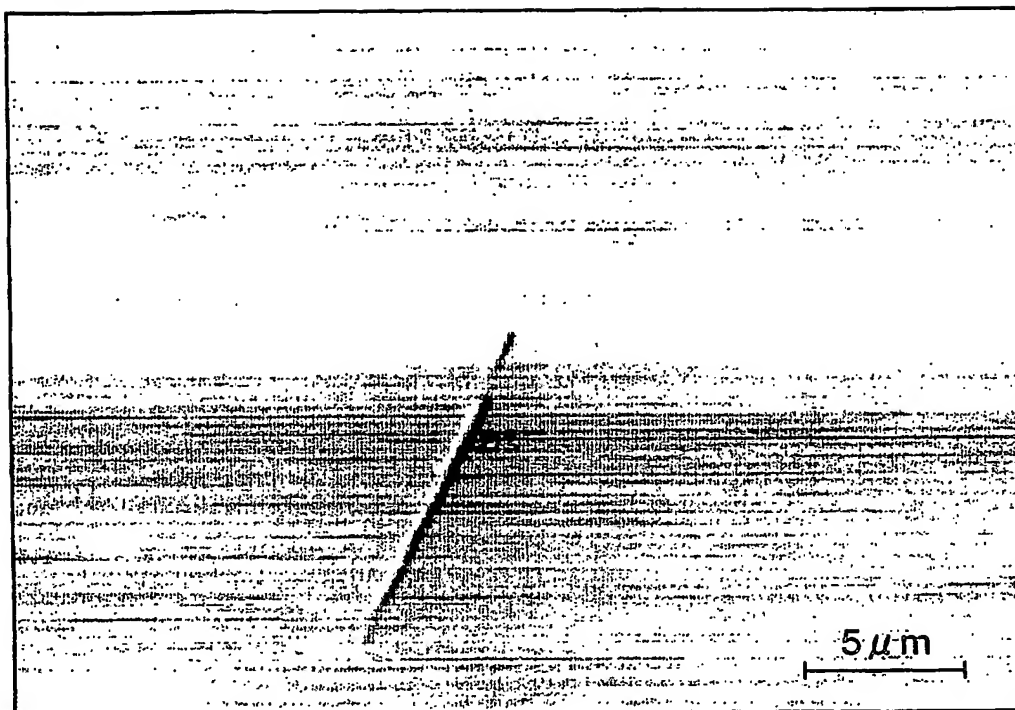
【0084】

30：研磨定盤、33：ワーク保持盤、34：スラリー供給管、35：上部荷重、37：回転軸、38：回転シャフト、39：スラリー、39a：スラリー新液、39b：使用済スラリー、50：スラリー供給タンク、52：スラリー調合タンク、54：スラリー原液投入管、56：純水投入管、58：添加剤投入管、60、74：pHメータ、62：スラリー新液供給管、64：スラリー回収槽、66：排水口、68：スラリー回収管、70：ポンプ、72：pH調整剤供給管、A：研磨装置、B：スラリー供給循環システム、P：研磨布、W：ウエーハ。

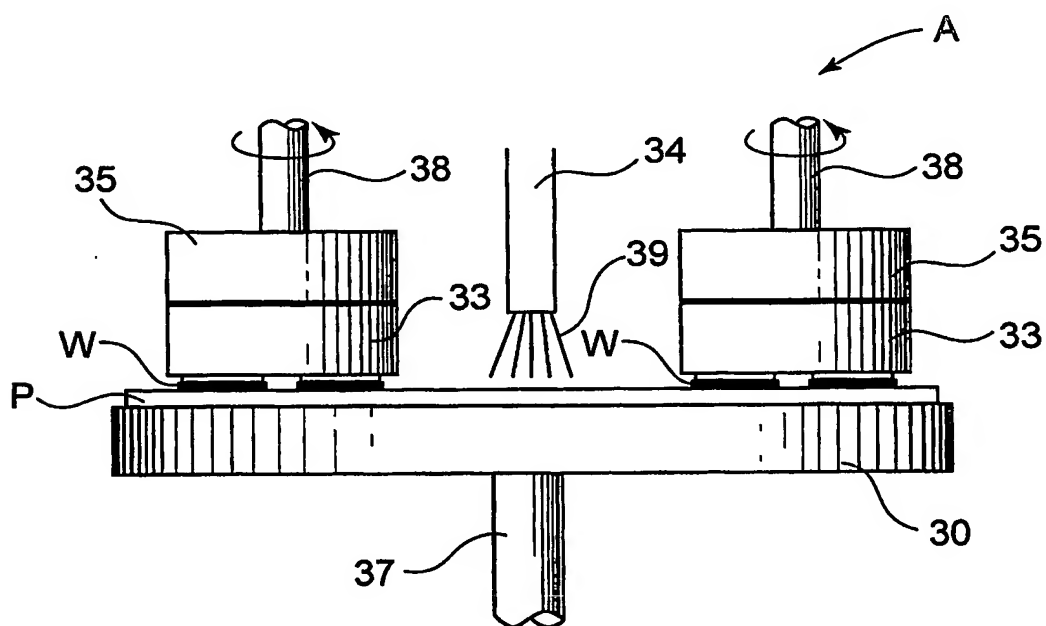


【図 2】

線状欠陥



【図 3】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

線状欠陥が生じないようにしたウエーハの研磨方法を提供する。

【解決手段】

回転可能なウエーハ保持板にウエーハを保持し、回転可能な定盤に貼付された研磨布に研磨剤を供給するとともに前記ウエーハと研磨布を摺接させてウエーハ表面を研磨する方法において、研磨剤として略球形状のシリカを主成分とし、更に有機塩基又はその塩を含有するアルカリ溶液を用い研磨するようにした。上記有機塩基又はその塩としては第4級アンモニウム水酸化物を用いる。

【選択図】 図1

BEST AVAILABLE COPY

特願 2003-278970

ページ: 1/E

出願人履歴情報

識別番号

[000190149]

1. 変更年月日

1990年 8月 7日

[変更理由]

新規登録

住所

東京都千代田区丸の内1丁目4番2号

氏名

信越半導体株式会社

BEST AVAILABLE COPY

出証番号 出証特 2004-3074919